

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rights reserved.

198644

Controlling concn. of disinfectant soln. - using detector probe to measure parameter corresp. to disinfectant concn. and injecting conc. disinfectant to maintain concn.

Patent Assignee: HENKEL FRANCE SA (HENK )

Inventor: BOUSSER C; COLLIN A; FREALSAISO J M; PIETO Y

Number of Countries: 001

Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
FR 2578988	A	19860919	FR 853935	A	19850318	198644 B

Priority Applications (No Type Date): FR 853935 A 19850318

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
FR 2578988	A	12		

Abstract (Basic): FR 2578988 A

A detector probe is used in the soln. to measure the value of a parameter which is related the concn. of disinfectant molecules in the soln..

The measured value is compared with a reference value representing the reqd. concn. of the soln. if the measured value is too low, a metering pump, or a solenoid valve from a gravity supply tank, is used to inject a measure of a conc. soln. of disinfectant molecules. As soon as the disinfectant soln. comes up to strength the addition of conc. soln. is stopped. Claimed features of the method pref. the disinfectant soln. is an aq. soln. of peracetic acid and/or oxygenated water.

The original disinfectant soln. is injected with a measure of a soln. contg. electrically conductive molecules. The conductivity of the disinfectant soln. is then used as the parameter on which disinfectant strength is judged. Suitable conductive molecules include those of sulphuric acid, sodium disulphate sodium sulphate, nitric acid and phosphoric acid. The % by wt. of conductive soln. added to the original disinfectant should be between 1-30, (5-15). Instead of using electrical conductivity as the measuring parameter, pH value can be used if a strong acid which does not react with the disinfectant is added to the original soln..

USE/ADVANTAGE - The method is for ensuring that disinfectant of adequate strength is employed in industrial cleaning, partic. for food factories and esp. for C.I.P. of milk processing plant. Detection is immediate if disinfectant strength drops below an acceptable level and corrective action is immediate and automatic. There is no waste of disinfectant concentrate by adding too much. (12pp Dwg.No.0/0)

Title Terms: CONTROL; CONCENTRATE; DISINFECT; SOLUTION; DETECT; PROBE; MEASURE; PARAMETER; CORRESPOND; DISINFECT; CONCENTRATE; INJECTION; CONCENTRATE; DISINFECT; MAINTAIN; CONCENTRATE

Derwent Class: D13; P43; T06

International Patent Class (Additional): A23C-007/02; B08B-003/08; G05D-011/13

File Segment: CPI; EPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): D09-A01

Manual Codes (EPI/S-X): T06-B08A1

Derwent Registry Numbers: 0453-U; 1711-U; 1714-U; 1716-U; 1724-U; 1732-U;  
1744-U

END OF DOCUMENT

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication : **2 578 988**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **85 03935**

(51) Int Cl<sup>a</sup> : G 05 D 11/13; A 23 C 7/02 // B 08 B 3/08.

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 18 mars 1985.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOP1 « Brevets » n° 38 du 19 septembre 1986.

(60) Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

(71) Demandeur(s) : *Société dite : HENKEL FRANCE S.A. —*  
FR.

(72) Inventeur(s) : Charles Bousser, Jean-Michel Freal-Sai-  
son, Yannick Pieto et Alain Collin.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Cabinet Bert, de Keravenant et Herrbur-  
ger.

(54) Procédé de régulation de la concentration de solutions de désinfection notamment oxydantes contenant des  
molécules désinfectantes.

(57) a. L'invention concerne un procédé de régulation de la  
concentration de solutions contenant des molécules désinfect-  
tantes.

b. Ce procédé est caractérisé en ce que l'on mesure, à  
l'aide d'une sonde placée dans cette solution, la valeur d'un  
paramètre dépendant de sa concentration en molécules désin-  
fectantes, on compare la valeur mesurée à une valeur de  
consigne et, le cas échéant, on commande l'injection dans la  
solution de molécules désinfectantes en quantité suffisante  
pour rétablir la valeur de consigne de la concentration.

c. L'invention s'applique à la régulation de la concentration  
de solutions de désinfection oxydantes diluées lors de leur  
utilisation industrielle.

FR 2 578 988 - A1

"Procédé de régulation de la concentration de solutions de désinfection notamment oxydantes contenant des molécules désinfectantes"

La présente invention se rapporte à un  
5 procédé de régulation de la concentration de solutions de désinfection; notamment oxydantes diluées contenant des molécules désinfectantes lors de leur utilisation industrielle.

Dans l'industrie alimentaire, et plus  
10 particulièrement dans l'industrie laitière, il est impératif d'effectuer avec le plus grand soin les différentes opérations de nettoyage et de désinfection de la chaîne de fabrication exigées par les autorités, après chaque cycle de production.

De manière usuelle, après l'opération  
15 de nettoyage et de rinçage, on fait circuler une solution de désinfection, généralement oxydante, pouvant contenir de l'acide peracétique et/ou de l'eau oxygénée, ce ou ces composés étant stabilisé(s). Cette opération de désinfection  
20 est suivie par un rinçage à l'eau potable.

La solution de désinfection utilisée est  
le plus souvent préparée d'avance à la concentration  
d'utilisation et maintenue à la température voulue dans un  
réservoir en acier inoxydable pouvant faire partie intégrante  
25 d'un ensemble automatisé de nettoyage et de désinfection encore appelé N.E.P. (nettoyage en place) ou C.I.P. (cleaning in place).

Or, pour permettre la production d'un aliment sain et conservable, il est impératif que l'opération de désinfection permette de détruire au moins tous les micro-organismes pathogènes ou gênants.

5 Pour ce, il est nécessaire de surveiller étroitement un certain nombre de paramètres dont les variations peuvent entraîner une destruction incomplète des micro-organismes.

10 La température et le temps de contact font partie de ces paramètres et doivent donc être strictement contrôlés et maintenus. Pour ce qui concerne la température, les installations de désinfection comprennent presque toujours un thermostat de régulation de la température.

15 Un autre paramètre qui joue un rôle essentiel dans la réussite de l'opération de désinfection est la concentration en molécules désinfectantes de la solution de désinfection oxydante.

20 En effet, il est nécessaire de contrôler en continu que cette concentration ne s'abaisse pas au-dessous d'une valeur minima prédéterminée.

25 Outre les titrages manuels toujours très longs, donc onéreux en main d'oeuvre, on a déjà proposé principalement deux méthodes de dosage d'un désinfectant oxydant.

30 La première de ces méthodes consiste à utiliser une électrode Redox généralement en platine ; malheureusement, la courbe donnant le potentiel Redox en fonction de la concentration, n'est linéaire, donc proportionnelle à cette dernière que pour de faibles concentrations en molécules désinfectantes pour lesquelles le pH est approximativement constant ; en conséquence, cette méthode ne peut être utilisée que pour doser de faibles concentrations, correspondant notamment  
35 à la désinfection d'eaux de piscines, mais ne peut pas être envisagée pour effectuer une désinfection en industrie

alimentaire.

La seconde méthode de dosage classique consiste à utiliser des analyseurs automatiques connus tels que ceux vendus sous les marques "INTEROX" ou  
5 "HARSHAW". Ces appareils permettent un dosage complet de la concentration en molécules oxydantes, mais ne sont pas utilisés industriellement, étant donné que leur prix d'achat est trop élevé, leur maintenance trop onéreuse et le temps de réponse trop long.

10 La présente invention a pour objet de remédier à ces inconvénients, en proposant un procédé permettant une détection rapide de la concentration en molécules désinfectantes, et un réajustement rapide en cas de besoin éventuel de la concentration nécessaire.

15 A cet effet, l'invention concerne un procédé de régulation du type défini ci-dessus caractérisé en ce que l'on mesure à l'aide d'une sonde de mesure placée dans la solution de désinfection la valeur d'un paramètre de mesure dépendant de la concentration en molécules  
20 désinfectantes, on compare la valeur mesurée à une valeur de consigne, et, si la valeur réelle mesurée est différente de la valeur de consigne, on commande le déclenchement d'une pompe doseuse ou l'ouverture d'une électro-vanne associée à un réservoir d'une solution  
25 concentrée de molécules désinfectantes de manière à injecter dans la solution de désinfection des molécules désinfectantes en quantité suffisante pour rétablir la valeur de consigne de la concentration, cette injection étant automatiquement stoppée lorsque la valeur de con-  
30 signe est atteinte.

La solution de désinfection est le plus souvent une solution aqueuse d'acide peracétique et/ou d'eau oxygénée, ce ou ces composés étant stabilisé(s). Néanmoins, cette solution pourrait être différente sans  
35 pour cela sortir du cadre de l'invention.

Dans le cas où le produit à rajouter est

en charge, c'est-à-dire à un niveau supérieur à celui des canalisations contenant la solution de désinfection diluée, il est possible d'utiliser une électrovanne, dans le cas contraire, l'installation doit forcément être munie d'une pompe doseuse.

Conformément à l'invention, différents paramètres de mesure dépendant de la concentration en molécules désinfectantes peuvent être utilisés.

L'un de ces paramètres est la conductivité de la solution, qui dépend de la concentration en molécules désinfectantes.

Pour obtenir une conductivité ayant une valeur suffisante pour pouvoir être mesurée dans de bonnes conditions, selon une autre caractéristique de l'invention, on ajoute dans la solution de désinfection de départ une solution renfermant au moins une molécule conductrice de courant, et, l'on mesure, à l'aide de la sonde de mesure, la conductivité de la solution ainsi obtenue.

Selon l'invention, la solution conductrice renfermant au moins une molécule conductrice de courant peut être choisie dans le groupe formé par les solutions d'acide sulfurique, de disulfate de sodium, de sulfate de sodium, d'acide sulfamique, d'acide nitrique et/ou d'acide phosphorique ; cette solution conductrice est le plus souvent rajoutée en quantité de 1 à 30 %, de préférence 5 à 15 % en poids par rapport aux molécules désinfectantes.

Pour pouvoir mesurer cette conductivité dans de bonnes conditions, il est nécessaire de tenir compte du fait qu'une variation de la température d'environ 1°C entraîne une erreur d'environ 2 % sur la conductivité, suffisante pour entraîner d'importantes erreurs de mesure. Pour remédier à l'éventualité de telles erreurs, il est possible, selon une autre caractéristique de l'invention, de mettre en place dans la solution de désinfection une sonde de mesure de la température susceptible de permettre



de corriger les valeurs de conductivité mesurées en fonction de cette dernière.

Il existe actuellement sur le marché différents appareils de mesure de la conductivité dont l'utilisation peut être envisagée pour la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention. Parmi ces appareils, on peut citer trois conductivimètres commercialisés par WATCO : le conductivimètre ELFR 70, réglé pour une conductivité donnée correspondant à une concentration prédéterminée en désinfectant, peut simultanément mesurer la conductivité en compensant la variation de la température et fournir une information susceptible de déclencher une pompe doseuse ou une électrovanne ; le conductivimètre ELFR 822 est directement équipé d'une pompe doseuse auto-amorçante ; le conductivimètre LM 03 est un conductivimètre haut de gamme basé sur la conductivité capacitive qui ne comprend pas de pompe et peut donc être asservi avec une pompe doseuse ou une électrovanne : ce conductivimètre peut, par suite, être adapté sur une installation déjà existante.

Un autre paramètre toujours dépendant de la concentration dont l'étude peut être envisagée dans le cadre de la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention est le pH de la solution désinfectante.

A cet effet, et selon une autre caractéristique de l'invention, pour avoir dans la solution une concentration en ions  $H^+$  suffisante pour étudier dans de bonnes conditions les variations du pH, on ajoute dans la solution de désinfection de départ une solution renfermant au moins un acide fort ne réagissant pas avec les molécules désinfectantes, et l'on mesure le pH de la solution ainsi obtenue.

Le ou les acide(s) fort(s) dont l'utilisation peut être envisagée conformément à l'invention est ou sont par exemple choisi(s) dans le groupe formé par l'acide

sulfurique, l'acide nitrique et/ou l'acide phosphorique ; ces acides sont le plus souvent ajoutés à la solution de départ en une quantité de l'ordre de 1 à 15 % en poids des molécules désinfectantes.

- 5 Il existe là encore dans le commerce des pHmètres tout à fait compatibles avec la mise en oeuvre du procédé objet de l'invention tels que par exemple le pHmètre vendu sous la marque "Dulcometer" type pHW 212 F<sub>1</sub>. Ce pHmètre peut facilement être asservi avec une pompe  
10 doseuse ou une électrovanne pour effectuer le rajout de désinfectant.

- Un troisième paramètre dont l'utilisation peut être envisagée pour la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention est constitué par le potentiel  
15 Redox de la solution. Cette utilisation pose, cependant, certains problèmes étant donné que, comme déjà indiqué ci-dessus, le potentiel Redox n'est une fonction linéaire de la concentration en molécules désinfectantes que lorsque le pH est pratiquement stable, c'est-à-dire pour de très  
20 faibles concentrations en ces dernières. Pour des concentrations plus élevées, ce potentiel devient également dépendant du pH de la solution conformément à la formule :

$$E = E_0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{(Ox)}{(Red)}$$

dans laquelle

- 25  $E_0$  = potentiel normal d'équilibre,  
R = constante de gaz parfaits,  
T = température absolue,  
F = constante de Faraday,  
n = nombre d'électrons mis en jeu

- 30 cette relation devient pour une température de 18° C :  
 $E = 0,029 \text{ rH} - 0,058 \text{ pH}$  (rH étant le potentiel Redox).

- En conséquence, pour utiliser en tant que paramètre de mesure le potentiel Redox de la solution désinfectante, il est nécessaire, soit d'effectuer préa-  
35 lablement une dilution de cette dernière, soit de tenir

parallèlement compte du pH de la solution, soit de maintenir le pH constant en ajoutant un élément tampon à la solution désinfectante.

Selon une autre caractéristique de l'invention correspondant à la première possibilité ci-dessus, l'on dilue la solution de désinfection de départ et l'on mesure le potentiel de la solution obtenue.

Il existe sur le marché des appareils automatiques susceptibles de faire une telle dilution. L'utilisation de tels appareils peut par exemple être combinée à celle du régulateur de potentiel Redox RHW0/999-F<sub>1</sub> vendu sous la marque "Dulcometer".

Cet appareil peut également être asservi avec une pompe doseuse ou une électrovanne pour le rajout de désinfectant.

Selon une autre caractéristique de l'invention correspondant à la seconde possibilité mentionnée ci-dessus, l'on mesure le potentiel Redox et le pH de la solution de désinfection diluée de départ qui constituent conjointement le paramètre de mesure dépendant de la concentration en molécules désinfectantes, l'on transmet les valeurs ainsi mesurées à un calculateur qui calcule la concentration réelle en molécules désinfectantes conformément à la formule indiquée ci-dessus, l'on compare la concentration réelle ainsi calculée à la valeur de consigne, et on commande ou non le déclenchement de la pompe doseuse ou l'ouverture de l'électrovanne en fonction du résultat de cette comparaison.

On peut mettre en oeuvre pour réaliser ces opérations les appareils "Dulcometer" (marque déposée) du type pHW212<sub>1</sub> et RHW 0/999 - F<sub>1</sub>, ou encore l'appareil combiné type PRW 2 F<sub>1</sub>.

Bien entendu, les paramètres envisagés ci-dessus ne doivent pas être considérés comme limitatifs, et d'autres paramètres pourraient également être utilisés sans

pour cela sortir du cadre de l'invention.

Parmi ces possibilités autres, on peut également mentionner la mise en oeuvre d'une analyse colorimétrique.

5                   A cet effet, et selon une autre caractéristique de l'invention, l'on prélève un échantillon de solution de désinfection oxydante de départ, on lui ajoute un réducteur en une quantité permettant de neutraliser l'oxydant avec un très léger excès de manière à obtenir une  
10 solution échantillon colorée, et l'on détecte la couleur de cette solution qui constitue le paramètre de mesure, proportionnel à la concentration en molécules désinfectantes manquantes à l'aide d'une cellule photo-électrique associée à la pompe doseuse ou à l'électrovanne de manière à comman-  
15 der l'injection de solution concentrée de molécules désinfectantes en fonction de l'importance de la coloration.

Ces différentes opérations peuvent être effectuées automatiquement à l'aide d'un analyseur simplifié du type "Testomat" (marque déposée).

20                   En résumé, le procédé qui fait l'objet de l'invention permet d'effectuer une détection rapide de la concentration en molécules désinfectantes et une transmission de l'information obtenue à un système de dosage permettant une introduction de désinfectant concentré pour  
25 rétablir rapidement la concentration initiale. Ce procédé permet d'éviter d'avoir à entreprendre des titrages manuels toujours très longs et des réajustements manuels de produits toxiques et/ou caustiques de manipulation dangereuse, tout en permettant de garantir d'avoir toujours la concentration  
30 désirée en molécules désinfectantes pendant l'opération de désinfection.

RE V E N D I C A T I O N S

1°) Procédé de régulation de la concentration de solutions de désinfection, notamment de solutions de désinfection oxydantes diluées contenant des molécules désinfectantes lors de leur utilisation industrielle, caractérisé en ce que l'on mesure, à l'aide d'une sonde de mesure placée dans la solution de désinfection, la valeur d'un paramètre de mesure dépendant de la concentration en molécules désinfectantes, on compare la valeur mesurée à une valeur de consigne, et, si la valeur réelle mesurée est différente de la valeur de consigne, on commande le déclenchement d'une pompe doseuse ou l'ouverture d'une électrovanne associée à un réservoir d'une solution concentrée de molécules désinfectantes de manière à injecter dans la solution de désinfection des molécules désinfectantes en quantité suffisante pour rétablir la valeur de consigne de la concentration, cette injection étant automatiquement stoppée lorsque la valeur de consigne est atteinte.

2°) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution de désinfection est une solution aqueuse d'acide péraétique et/ou de l'eau oxygénée, ce ou ces composés étant stabilisés.

3°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on ajoute, dans la solution de désinfection de départ, une quantité donnée d'une solution renfermant au moins une molécule conductrice de courant, et en ce que l'on mesure, à l'aide de la sonde de mesure, la conductivité de la solution ainsi obtenue qui constitue le paramètre de mesure dépendant de la concentration en molécules désinfectantes.

4°) Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la solution conductrice renfermant au moins une molécule conductrice de courant est choisie dans le groupe formée par les solutions d'acide sulfurique, de

disulfate de sodium, de sulfate de sodium, d'acide sulfamique, d'acide nitrique et/ou d'acide phosphorique.

5°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 et 4, caractérisé en ce que l'on ajoute  
5 une quantité de solution conductrice égale à 1 à 30 % en poids, de préférence 5 à 15 % de la solution de départ.

6°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 5, caractérisé en ce que l'on met en  
10 place dans la solution de désinfection une sonde de mesure de la température susceptible de permettre de corriger les valeurs de conductivité mesurées en fonction de cette dernière.

7°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on ajoute,  
15 dans la solution de désinfection diluée de départ, une solution renfermant au moins un acide fort ne réagissant pas avec les molécules désinfectantes, et en ce que l'on mesure le pH de la solution ainsi obtenue qui constitue le paramètre de mesure dépendant de la concentration en molécules désinfectantes.  
20

8°) Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le ou les acide(s) fort(s) sont choisi(s) dans le groupe formé par l'acide sulfurique, l'acide nitrique et/ou l'acide phosphorique.

9°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 et 8, caractérisé en ce que l'on ajoute  
25 la solution renfermant au moins un acide fort en une quantité de l'ordre de 5 à 15 % en poids des molécules désinfectantes.

10°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on dilue la  
30 solution de désinfection diluée de départ et en ce que l'on mesure le potentiel Redox de la solution obtenue qui constitue le paramètre de mesure proportionnel à la concentration en molécules désinfectantes.  
35

11°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on mesure le potentiel Redox et le pH de la solution de désinfection diluée de départ qui constituent conjointement le paramètre de mesure dépendant de la concentration en molécules désinfectantes, l'on transmet les valeurs ainsi mesurées à un calculateur qui calcule la concentration réelle en molécules désinfectantes, l'on compare la concentration réelle ainsi calculée à la valeur de consigne et l'on commande ou non le déclenchement de la pompe doseuse ou l'ouverture de l'électrovanne en fonction du résultat de cette comparaison.

12°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on prélève un échantillon de solution de désinfection oxydante diluée de départ, on lui ajoute un réducteur en une quantité permettant de neutraliser l'oxydant avec un très léger excès de manière à obtenir une solution échantillon colorée, et l'on détecte la couleur de cette solution, qui constitue le paramètre de mesure, proportionnel à la concentration en molécules désinfectantes, à l'aide d'une cellule photoélectrique associée à la pompe doseuse ou à l'électrovanne de manière à commander l'injection de solution concentrée de molécules désinfectantes en fonction de la coloration obtenue.

**English Translation of French Patent No. 2,578,988 (September 19, 1986)**



## METHOD FOR ADJUSTING THE CONCENTRATION OF DISINFECTANT SOLUTIONS, PARTICULARLY OXIDIZING SOLUTIONS CONTAINING DISINFECTANT MOLECULES

5           The present invention relates to a method for adjusting the concentration of disinfectant solutions, particularly oxidizing solutions containing disinfectant molecules during their industrial use.

          In the food products industry, and more particularly in the dairy products industry, it is imperative to perform with the greatest of care the various operations for cleaning and  
10       disinfecting the production line required by the authorities, after each production cycle.

          Usually, after the cleaning and rinsing operation, a disinfectant solution is circulated, generally an oxidizing solution that can contain peracetic acid and/or hydrogen peroxide, this or these components being stabilized. This disinfecting operation is followed by a rinsing with drinking water.

15           The disinfectant solution used is most often prepared in advance in the concentration at which it will be used, and maintained at the desired temperature in a stainless steel reservoir that can be an integral part of an automated cleaning and disinfecting unit, also called C.I.P. (cleaning in place), or in French, N.E.P (nettoyage en place).

          In order to allow the production of a healthy, preservable food product, it is  
20       imperative that the disinfecting operation make it possible to at least destroy all pathogenic or undesirable micro-organisms.

          To do this, it is necessary to closely monitor a certain number of parameters, including the variations that can result from an incomplete destruction of the micro-organisms.

25           These parameters include the temperature and the contact time, which must be strictly controlled and maintained. As far as temperature is concerned, the disinfecting installations nearly always include a thermostat for adjusting the temperature.

          Another parameter that plays an essential role in the success of the disinfecting operation is the concentration of disinfectant molecules in the oxidizing disinfectant solution.

30           In fact, it is necessary to continuously verify that this concentration does not fall below a predetermined minimum value.

Other than manual titrations, which are always very long and hence labor-intensive, there are primarily two methods for dosing an oxidizing disinfectant that have already been proposed.

5 The first of these methods consists of using a Redox electrode, generally made of platinum; unfortunately, the curve that gives the Redox potential as a function of the concentration is only linear, hence proportional to the latter, for low concentrations of disinfectant molecules for which the pH is approximately constant; consequently, this method can only be used to dose low concentrations, corresponding in particular to the disinfection of the water in swimming pools, but cannot be considered for use in performing  
10 a disinfection in the food products industry.

The second conventional dosing method consists of using known automatic analyzers like those sold under the brand names "INTEROX" or "HARSHAW." These devices allow a complete dosage of the concentration of oxidizing molecules, but are not used industrially because their purchase price is too high, their maintenance is too expensive, and the response  
15 time is too long.

The object of the present invention is to eliminate these drawbacks by offering a method that allows fast detection of the concentration of disinfectant molecules, and when necessary, fast readjustment of the required concentration.

To this end, the invention relates to a method of adjustment of the type defined above,  
20 characterized in that, using a measuring probe placed in the disinfectant solution, the value of a measurement parameter that depends on the concentration of disinfectant molecules is measured, the measured value is compared to a set point, and if the real value measured is different from the set point, the triggering of a dosing pump or the opening of a solenoid valve connected to a reservoir of a concentrated solution of disinfectant molecules is actuated  
25 so as to inject disinfectant molecules into the disinfectant solution in a quantity sufficient to re-establish the set point of the concentration, this injection being stopped automatically when the set point is reached.

The disinfectant solution is most often an aqueous solution of peracetic acid and/or hydrogen peroxide, this or these components being stabilized. However, this solution could  
30 be different without going beyond the scope of the invention.

In the event that the product to be added is under pressure, i.e. at a level higher than that of the conduits containing the diluted disinfectant solution, it is possible to use a solenoid valve; if not, the installation must necessarily be equipped with a dosing pump.

According to the invention, various measurement parameters that depend on the concentration of disinfectant molecules can be used.

One of these parameters is the conductivity of the solution, which depends on the concentration of disinfectant molecules.

In order to obtain a conductivity having a sufficient value to be able to be measured under good conditions, according to another characteristic of the invention, a solution containing at least one current-carrying molecule is added to the initial disinfectant solution, and the conductivity of the solution thus obtained is measured using the measuring probe.

According to the invention, the conductive solution containing at least one current-carrying molecule can be chosen from the group formed by the solutions of sulfuric acid, sodium disulfide, sodium sulfate, sulfamic acid, nitric acid, and/or phosphoric acid; this conductive solution is most often added in a quantity of 1 to 30%, preferably 5 to 15% by weight in proportion to the disinfectant molecules.

In order to be able to measure this conductivity under good conditions, it is necessary to take into account the fact that a temperature variation of about 1°C results in an error of about 2% in the conductivity, enough to produce substantial measurement errors. In order to eliminate the possibility of such errors, it is possible, according to another characteristic of the invention, to place into the disinfectant solution a probe for measuring the temperature that is capable of correcting the conductivity values measured based on the latter.

There are currently various devices for measuring conductivity on the market that may be considered for use in implementing the method according to the invention. Among these devices are three conductometers sold by WATCO: the ELFR 70 conductometer, adjusted for a given conductivity corresponding to a predetermined disinfectant concentration, can simultaneously measure the conductivity while compensating for the variation in the temperature and provide a piece of information capable of triggering a dosing pump or a solenoid valve; the ELFR 822 conductometer is directly equipped with a self-actuating dosing pump; the LM 03 conductometer is a high-end conductometer based on capacitive conductivity that does not include a pump and can therefore be coupled with a

dosing pump or a solenoid valve; this conductometer can therefore be adapted to an already existing installation.

Another parameter that always depends on the concentration, the analysis of which can be considered within the scope of the implementation of the method according to the invention, is the pH of the disinfectant solution.

To this end, and according to another characteristic of the invention, in order to have in the solution a sufficient concentration of  $H^+$  ions to analyze the variations in the pH under good conditions, a solution containing at least one strong acid that does not react with the disinfectant molecules is added into the initial disinfectant solution, and the pH of the solution thus obtained is measured.

The strong acid or acids whose use can be considered according to the invention is or are, for example, chosen from the group formed by sulfuric acid, nitric acid, and/or phosphoric acid; these acids are most often added to the initial solution in a quantity on the order of 1 to 15% by weight of the disinfectant molecules.

Here again, there are pH meters on the market that are entirely compatible with the implementation of the method that is the subject of the invention, such as for example the pH meter sold under the brand name "Dulcometer," type pHW 212 F<sub>1</sub>. This pH meter can easily be coupled with a dosing pump or a solenoid valve in order to perform the addition of disinfectant.

A third parameter whose use can be considered for the implementation of the method according to the invention is constituted by the Redox potential of the solution. This utilization, however, poses certain problems in that, as indicated above, the Redox potential is only a linear function of the concentration of disinfectant molecules when the pH is practically stable, i.e. for very low concentrations of the latter. For higher concentrations, this potential also becomes dependent on the pH of the solution, in accordance with the formula:

$$E = E_o + \frac{RT}{nF} \ln \frac{(Ox)}{(Red)}$$

in which

$E_o$  = normal equilibrium potential

R = perfect gas constant

T = absolute temperature

F = Faraday constant

n = number of freed electrons

for a temperature of 18°C, this relation becomes:

$E = 0.029 \text{ rH} - 0.058 \text{ pH}$  (rH being the Redox potential).

5           Consequently, in order to use the Redox potential of the disinfectant solution as a measurement parameter, it is necessary to perform a prior dilution of the latter, or to simultaneously take into account the pH of the solution, or to keep the pH constant by adding a buffer element to the disinfectant solution.

          According to another characteristic of the invention corresponding to the first  
10 possibility above, the initial disinfectant solution is diluted and the potential of the solution obtained is measured.

          There are existing automatic devices on the market capable of performing this type of dilution. The use of such devices can, for example, be combined with the use of the Redox potential controller RHW0/999-F<sub>1</sub> sold under the brand name “Dulcometer.”

15           This device can also be coupled with a dosing pump or a solenoid valve for the addition of disinfectant.

          According to another characteristic of the invention corresponding to the second possibility mentioned above, the Redox potential and the pH of the initial diluted disinfection solution, which together constitute the measurement parameter that depends on the  
20 concentration of disinfectant molecules, are measured, the values thus measured are transmitted to a computer that calculates the real concentration of disinfectant molecules in accordance with the formula indicated above, the real concentration thus calculated is compared to the set point, and the triggering of the dosing pump or the opening of the solenoid valve is or is not actuated based on the result of this comparison.

25           To perform these operations, it is possible to use the “Dulcometer” (registered trademark) devices, types pHW212<sub>1</sub> and RHW 0/999-F<sub>1</sub>, or even the combined device, type PRW 2 F<sub>1</sub>.

          Of course, the parameters considered above should not be considered to be limiting, and other parameters could also be used without going beyond the scope of the invention.

30           Among these other possibilities is the implementation of a colorimetric analysis.

To do this, according to another characteristic of the invention, a sample of the initial oxidizing disinfectant solution is taken, a reducing agent is added to it in a quantity that makes it possible to neutralize the oxidant with a very slight excess so as to obtain a colored sample solution, and the color of this solution, which constitutes the measurement parameter proportional to the lacking concentration of disinfectant molecules, is detected using a photoelectric cell associated with the dosing pump or the solenoid valve so as to actuate the injection of a concentrated solution of disinfectant molecules based on the value of the coloration.

These various operations can be performed automatically using a simplified analyzer like "Testomat" (registered trademark).

In summary, the method that is the subject of the invention makes it possible to perform a fast detection of the concentration of disinfectant molecules and a transmission of the information obtained to a dosing system that makes it possible to introduce a concentrated disinfectant in order to quickly re-establish the initial concentration. This method makes it possible to avoid having to perform manual titrations, which are always very long, and manual readjustments of toxic and/or caustic products that are dangerous to handle, while making it possible to guarantee always having the desired concentration of disinfectant molecules during the disinfecting operation.

## CLAIMS

1. Method for adjusting the concentration of disinfectant solutions, particularly diluted oxidizing disinfectant solutions containing disinfectant molecules during their industrial use, characterized in that, using a measuring probe placed in the disinfectant solution, the value of a measurement parameter that depends on the concentration of disinfectant molecules is measured, the measured value is compared to a set point, and if the real value measured is different from the set point, the triggering of a dosing pump or the opening of a solenoid valve connected to a reservoir of a concentrated solution of disinfectant molecules is actuated so as to inject disinfectant molecules into the disinfectant solution in a quantity sufficient to re-establish the set point of the concentration, this injection being stopped automatically when the set point is reached.

2. Method according to claim 1, characterized in that the disinfectant solution is an aqueous solution of peracetic acid and/or hydrogen peroxide, this or these components being stabilized.

3. Method according to either of claims 1 and 2, characterized in that a given quantity of a solution containing at least one current-carrying molecule is added to the initial disinfectant solution, and in that the conductivity of the solution thus obtained, which constitutes the measurement parameter that depends on the concentration of disinfectant molecules, is measured using the measuring probe.

4. Method according to claim 3, characterized in that the conductive solution containing at least one current-carrying molecule is chosen from the group formed by the solutions of sulfuric acid, sodium disulfate, sodium sulfate, sulfamic acid, nitric acid and/or phosphoric acid.

5. Method according to either of claims 3 and 4, characterized in that a quantity of conductive solution equal to 1 to 30% by weight, preferably 5 to 15%, of the initial solution is added.

6. Method according to any of claims 3 through 5, characterized in that a probe for measuring the temperature that is capable of correcting the conductivity values measured based on the latter is placed into the disinfectant solution.

5

7. Method according to either of claims 1 and 2, characterized in that a solution containing at least one strong acid that does not react with the disinfectant molecules is added to the initial diluted disinfectant solution, and in that the pH of the solution thus obtained, which constitutes the measurement parameter that depends on the concentration of disinfectant molecules, is measured.

10

8. Method according to claim 7, characterized in that the strong acid(s) is (are) chosen from the group formed by sulfuric acid, nitric acid and/or phosphoric acid.

15

9. Method according to either of claims 7 and 8, characterized in that the solution containing at least one strong acid in a quantity on the order of 5 to 15% by weight of the disinfectant molecules is added.

20

10. Method according to either of claims 1 and 2, characterized in that the initial diluted disinfectant solution is diluted, and in that the Redox potential of the solution obtained, which constitutes the measurement parameter proportional to the concentration of disinfectant molecules, is measured.

25

11. Method according to either of claims 1 and 2, characterized in that the Redox potential and the pH of the initial diluted disinfectant solution, which together constitute the measurement parameter that depends on the concentration of disinfectant molecules, are measured, the values thus measured are transmitted to a computer that calculates the real concentration of disinfectant molecules, the real concentration thus calculated is compared to the set point and the triggering of the dosing pump or the opening of the solenoid valve is or is not actuated based on the result of this comparison.

30



12. Method according to either of claims 1 and 2, characterized in that a sample of the initial diluted oxidizing disinfectant solution is taken, a reducing agent is added to it in a quantity that makes it possible to neutralize the oxidant with a very slight excess so as to obtain a colored sample solution, and the color of this solution, which constitutes the measurement parameter proportional to the concentration of disinfectant molecules, is  
5 detected using a photoelectric cell associated with the dosing pump or the solenoid valve so as to actuate the injection of the concentrated solution of disinfectant molecules based on the coloration obtained.

## ABSTRACT

a. The invention relates to a method for adjusting the concentration of solutions containing disinfectant molecules.

5        b. This method is characterized in that, using a probe placed in this solution, the value of a parameter that depends on its concentration of disinfectant molecules is measured, the measured value is compared to a set point, and if necessary, the injection of disinfectant molecules into the solution in a quantity sufficient to re-establish the set point of the concentration is actuated.

10       c. The invention applies to the adjustment of the concentration of diluted oxidizing disinfectant solutions during their industrial use.